

7

33998
山下(卓)

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 4 年 1 月 2 9 日
Date of Application:

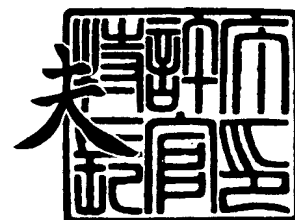
出 願 番 号 特 願 2 0 0 4 - 0 2 2 2 9 0
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 4 - 0 2 2 2 9 0]

出 願 人 京セラ株式会社
Applicant(s):

2 0 0 4 年 2 月 2 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 1 1 9 7 0

【書類名】 特許願
【整理番号】 0000339981
【提出日】 平成16年 1月29日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 B23B 27/14
C23C 16/30
【発明者】
 【住所又は居所】 鹿児島県川内市高城町 1 8 1 0 番地 京セラ株式会社鹿児島川内工場内
 【氏名】 谷渕 栄仁
【特許出願人】
 【識別番号】 000006633
 【住所又は居所】 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地
 【氏名又は名称】 京セラ株式会社
 【代表者】 西口 泰夫
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 005337
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

基体の表面に、炭窒化チタン層を少なくとも 1 層設けた表面被覆部材において、前記炭窒化チタン層の少なくとも一部に、炭窒化チタン粒子が前記基体表面に対して垂直に伸びて断面方向から観察した場合に筋状組織を呈するとともに、前記炭窒化チタン層を表面方向から観察した場合にランダムな方向に伸びた針状組織を呈する微細炭窒化チタン層を具備することを特徴とする表面被覆部材。

【請求項 2】

前記炭窒化チタン粒子の表面方向から観察した場合の平均アスペクト比が 2 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の表面被覆部材。

【請求項 3】

前記炭窒化チタン粒子を表面方向から観察した際の前記炭窒化チタン粒子の平均長軸長さが $1\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 2 記載の表面被覆部材。

【請求項 4】

前記微細炭窒化チタン層の表面に、該微細炭窒化チタン層よりも炭窒化チタン粒子の平均結晶幅が大きい上部炭窒化チタン層を被着形成するとともに、前記上部炭窒化チタン層の表面に酸化アルミニウム層を被着形成することを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか記載の表面被覆部材。

【請求項 5】

前記微細炭窒化チタン層の膜厚 t_l が $1\ \mu\text{m} \leq t_l \leq 10\ \mu\text{m}$ 、前記上部炭窒化チタン層の膜厚 t_u が $0.5\ \mu\text{m} \leq t_u \leq 5\ \mu\text{m}$ で、かつ、 $1 < t_l / t_u \leq 5$ の関係を満たすことを特徴とする請求項 4 記載の表面被覆部材。

【請求項 6】

前記酸化アルミニウム層のスクラッチ試験における付着力が $10 \sim 50\text{N}$ であることを特徴とする請求項 4 または 5 記載の表面被覆部材。

【請求項 7】

前記表面被覆部材の表面に、硬質球を接触させた状態で該硬質球をころがしながら自転させるように前記表面被覆部材の前記硬質球接触部分を局所的に摩耗させて、中心に前記基体が露出するように前記硬質被覆層に球曲面の摩耗痕を形成させるカロテストを行い、前記摩耗痕を観察した際、該摩耗痕の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される炭窒化チタン層に、クラック幅がゼロまたは小さい下部組織と、該下部組織の外周位置に観察されて前記下部組織よりもクラック幅が大きい上部組織とが存在することを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれか記載の表面被覆部材。

【請求項 8】

前記研磨痕の観察において、前記炭窒化チタン層の上部組織の径方向長さ L_u の前記炭窒化チタン層全体の径方向長さ L (ただし、 $L = L_u + L_l$ 、ここで L_l は前記下部組織の径方向長さ) に対する比 (L_u / L) が $0.05 \sim 0.15$ の割合で観察されることを特徴とする請求項 7 記載の表面被覆部材。

【請求項 9】

請求項 1 乃至 8 のいずれか記載の表面被覆部材からなる切削工具。

【書類名】明細書

【発明の名称】表面被覆部材および切削工具

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、優れた耐欠損性および耐摩耗性を有する硬質被覆層を表面に被着形成した表面被覆部材に関し、特に大きな衝撃が切刃にかかるような切削に際しても、優れた耐欠損性および切削特性を有する切削工具に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

従来より、金属の切削加工に広く用いられている切削工具は、超硬合金やサーメット、セラミックス等の基体の表面に、炭化チタン層、窒化チタン層、酸化アルミニウム層および炭窒化チタン層等の硬質被覆層を単層または複数層被着形成した表面被覆切削工具が多用されている。

【0 0 0 3】

一方、最近の切削加工の高能率化に従って金属の重断続切削等の大きな衝撃が切刃にかかるような切削が増えており、かかる過酷な切削条件においては従来の工具では硬質被覆層が大きな衝撃に耐えきれず、すくい面においてチッピングや硬質被覆層の剥離が発生しやすく、これが引き金となって切刃の欠損や異常摩耗の発生等の突発的な工具損傷により工具寿命の長寿命化ができないという問題があった。

【0 0 0 4】

そこで、上記硬質被覆層の特性改善のために、特許文献 1 には、縦長成長結晶（筋状組織）を有する炭窒化チタン層間を粒状の窒化チタン層で分割することにより、層間剥離を抑制して工具の耐欠損性を高めることができることが記載されている。

【0 0 0 5】

また、特許文献 2 には、炭窒化チタン層とその表面に成膜した酸化アルミニウム層との界面に断面方向から見て針状粒子からなる中間層を存在させることにより、アンカー効果によって酸化アルミニウム層が剥離することを抑えて耐摩耗性の低下を防ぐことが記載されている。

【特許文献 1】特開平 6 - 1 5 6 8 4 2 号公報

【特許文献 2】特開平 9 - 1 7 4 3 0 4 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 6】

しかしながら、上記特許文献 1 に記載された炭窒化チタン層の構成によっても、重断続切削等の突発的に大きな衝撃がかかるような切削等最近の過酷な切削条件においては依然として切刃のチッピングによる異常摩耗や突発欠損等が発生し工具寿命が短くなっていた。さらに、この硬質被覆層のチッピングや剥離を防止する目的で硬質被覆層の膜厚薄くすると早期に硬質被覆層が消滅して摩耗の進行が早くなり、やはり工具寿命の長寿命化ができなかった。さらに、鋼等の切削においても更なる耐欠損性および耐摩耗性の向上が求められていた。

【0 0 0 7】

また、炭窒化チタン層の結晶幅を単純に小さくしたり、大きくしたりしても、基体耐摩耗性または耐欠損性のいずれかが悪化して、突発欠損やチッピングの発生による異常摩耗が発生したり、摩耗が進行しやすい等の問題が発生して硬質被覆層全体の最適化がうまくいかず工具寿命には限界があった。

【0 0 0 8】

さらに、炭窒化チタン層と酸化アルミニウム層との間に、断面方向から見て針状をなす中間層を介在させる方法では、酸化アルミニウム層の剥離を防止できるものの、硬質被覆層の更なる耐欠損性の向上が必要であった。

【0 0 0 9】

従って、本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、その目的は、硬度、靱性に優れて、特に鋼等の金属の切削、中でも鋳鉄の断続切削等の工具切刃に強い衝撃がかかるような過酷な切削条件においても、優れた耐欠損性および耐摩耗性を有する長寿命の表面被覆切削工具等の表面被覆部材を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者は、上記課題に対し、基体表面に少なくとも炭窒化チタン層を設けた硬質被覆層を具備する表面被覆部材において、硬度および靱性をともに高める方法、特に切削工具の耐欠損性、耐チッピング性を高める方法について検討した。

【0011】

その結果、以下（a）～（c）の優れた特徴を持つ表面被覆部材を作製できることを知見した。

【0012】

（a）炭窒化チタン層の少なくとも一部を炭窒化チタン粒子が前記基体表面に対して垂直に伸びて断面方向から観察した場合に筋状組織を呈するとともに、前記炭窒化チタン層を表面方向から観察した場合にランダムな方向に伸びた針状組織を呈する微細炭窒化チタン層とすることにより、耐摩耗性を維持できるとともに耐欠損性を高めることができること、

（b）特に、ねずみ鋳鉄（FC材）やダクタイル鋳鉄（FCD材）のような高硬度黒鉛粒子が分散した鋳鉄等の金属の重断続切削等のような工具切刃に強い衝撃がかかる過酷な切削条件に用いられる切削工具等において、炭窒化チタン層の厚み方向に強い衝撃がかかるのを防止することができるとともに、例えば炭窒化チタン層内に微細なクラックが発生した場合でも炭窒化チタン層の面内方向へのクラックの伝播を抑制することができること、

（c）その結果、炭窒化チタン層内にチッピングや層剥離が発生することなく、優れた耐摩耗性および耐欠損性を有する切削工具等の硬度、靱性に優れた表面被覆部材が得られること。

【0013】

すなわち本発明の表面被覆部材は、基体の表面に、炭窒化チタン層を少なくとも1層設けた表面被覆部材において、前記炭窒化チタン層の少なくとも一部に、炭窒化チタン粒子が前記基体表面に対して垂直に伸びて断面方向から観察した場合に筋状組織を呈するとともに、前記炭窒化チタン層を表面方向から観察した場合にランダムな方向に伸びた針状組織を呈する微細炭窒化チタン層を具備することを特徴とするものである。

【0014】

ここで、前記炭窒化チタン粒子の表面方向から観察した場合の平均アスペクト比が2以上であること、前記炭窒化チタン粒子を表面方向から観察した際の前記炭窒化チタン粒子の平均長軸長さが $1\mu\text{m}$ 以下であることが、硬質被覆層中に発生したクラックを偏向させてクラックの進展を抑制する効果が高く、硬質被覆層の破壊靱性を向上させ、耐欠損性、耐チッピング性を向上することができるために望ましい。

【0015】

また、前記微細炭窒化チタン層の表面に、該微細炭窒化チタン層よりも炭窒化チタン粒子の平均結晶幅が大きい上部炭窒化チタン層を被着形成するとともに、前記上部炭窒化チタン層の表面に酸化アルミニウム層を被着形成することが、前記酸化アルミニウム層と炭窒化チタン層との付着力、および基体と炭窒化チタン層との付着力をともに高めることができ、層剥離、チッピングを防ぐことができる点で望ましい。

【0016】

さらに、前記微細炭窒化チタン層の膜厚 t_1 が $1\mu\text{m} \leq t_1 \leq 10\mu\text{m}$ 、前記上部炭窒化チタン層の膜厚 t_u が $0.5\mu\text{m} \leq t_u \leq 5\mu\text{m}$ で、かつ、 $1 < t_1 / t_u \leq 5$ の関係を満たすことが、部材の硬度、靱性を最適化できる点で望ましい。

【0017】

また、前記酸化アルミニウム層のスクラッチ試験における付着力が $10 \sim 50\text{N}$ である

ことが、硬度、靱性をともに高めて、例えば切削工具について、連続切削においては硬質被覆層の剥離を抑制できて耐摩耗性が高く、かつ断続切削においては酸化アルミニウム層が適度の剥離しながら衝撃を吸収することで基体までに至る硬質層剥離を抑制させることによって部材の耐欠損性および耐チップング性を高めることができるために望ましい。

【0018】

さらには、前記表面被覆部材の表面に、硬質球を接触させた状態で該硬質球をころがしながら自転させるように前記表面被覆部材の前記硬質球接触部分を局所的に摩耗させて、中心に前記基体が露出するように前記硬質被覆層に球曲面の摩耗痕を形成させるカロテストを行い、前記摩耗痕を観察した際、該摩耗痕の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される炭窒化チタン層に、クラック幅がゼロまたは小さい部組織と、該下部組織の外周位置に観察されて前記下部組織よりもクラック幅が大きい上部組織とが存在することによって、上部組織にクラックが生成することにより炭窒化チタン層と上層の酸化アルミニウム層との間に発生する残留応力を開放して、断続切削時において例え突発的に大きな衝撃が硬質被覆層にかかったときであっても新たに大きなクラックが発生して硬質被覆層がチップングしたり欠損したりすることなく衝撃を吸収できるとともに、クラックの生成しにくい炭窒化チタン層の下部組織が存在することによって、上部組織にて生成したクラックの進展が阻害されるために炭窒化チタン層または硬質被覆層全体がチップングや剥離することなく、結果的に硬質被覆層全体のチップングや剥離を防止できるとともに、硬質被覆層全体の耐摩耗性が向上するため望ましい。

【発明の効果】

【0019】

本発明の表面被覆部材は、炭窒化チタン層の少なくとも一部を炭窒化チタン粒子が前記基体表面に対して垂直に伸びて断面方向から観察した場合に筋状組織を呈するとともに、前記炭窒化チタン層を表面方向から観察した場合にランダムな方向に伸びた針状組織を呈する微細炭窒化チタン層とすることにより、高硬度で高い耐摩耗性を維持できるとともに高い靱性で耐欠損性を向上させることができる。

【0020】

特に、ねずみ鋳鉄（FC材）やダクタイル鋳鉄（FCD材）のような高硬度黒鉛粒子が分散した鋳鉄等の金属の重断続切削等のような工具切削に強い衝撃がかかる過酷な切削条件に用いられる切削工具等において、炭窒化チタン層の厚み方向に強い衝撃がかかるのを防止できるとともに、例え炭窒化チタン層内に微細なクラックが発生した場合でも炭窒化チタン層の面内方向へのクラックの伝播を抑制することができる結果、炭窒化チタン層内にチップングや層剥離が発生することなく、優れた耐摩耗性および耐欠損性を有する切削工具等の表面被覆部材が得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0021】

本発明の表面被覆部材の好適例である表面被覆切削工具の一例について、硬質被覆層の破断面の走査型電子顕微鏡（SEM）写真である図1、および硬質被覆層中における炭窒化チタン層を特定厚み成膜した表面について表面から観察した走査型電子顕微鏡（SEM）写真である図2を基に説明する。

【0022】

本発明における表面被覆切削工具（以下、単に工具と略す。）1は、炭化タングステン（WC）と、所望により周期律表第4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、炭窒化物の群から選ばれる少なくとも1種からなる硬質相をコバルト（Co）および／またはニッケル（Ni）の鉄属金属から成る結合相にて結合させた超硬合金、炭化チタン（TiC）や炭窒化チタン（TiCN）を主体として周期律表第4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、炭窒化物の群から選ばれる少なくとも1種からなる硬質相をコバルト（Co）および／またはニッケル（Ni）の鉄属金属からなる結合相にて結合させたサーメット、または、窒化珪素（Si₃N₄）や酸化アルミニウム（Al₂O₃）等を主体としたセラミック焼結体、立方晶窒化ホウ素（cBN）、ダイヤモンドを主体とした超硬質焼結体等の

硬質材料、

または金属からなる基体 2（図 1 では超硬合金）の表面に硬質被覆層 3 を被着形成したものである。

【0023】

本発明によれば、工具 1 に成膜される硬質被覆層 3 の構成として、基体 2 の表面に炭窒化チタン層 4 を少なくとも 1 層設け、かつ、炭窒化チタン層 4 の少なくとも一部に、炭窒化チタン粒子 8 が基体 2 表面に対して垂直に伸びて断面方向から観察した場合に筋状組織を呈するとともに、炭窒化チタン層 4 を表面方向から観察した場合にランダムな方向に伸びた針状組織を呈する微細炭窒化チタン層 4 b を具備することを特徴とするものである。

【0024】

これによって、炭窒化チタン層 4 の厚み方向に強い衝撃がかかるのを防止することができるとともに、炭窒化チタン層 4 の面内方向へのクラックの伝播を抑制することができる結果、炭窒化チタン層 4 内にチッピングや層剥離が発生することなく、優れた耐摩耗性および耐欠損性を有する工具 1 が得られる。

【0025】

すなわち、微細炭窒化チタン層 4 b を断面方向から観察したときの炭窒化チタン粒子 8 が筋状で、かつ表面方向から観察したときの炭窒化チタン粒子 8 が針状を呈しない組織の場合、炭窒化チタン層 4 中に大きな衝撃がかかった場合、微細炭窒化チタン層 4 b が衝撃を吸収する効果、および硬質被覆層 3 中に発生した微細なクラックの進展を十分に偏向、抑制する効果が発揮できなくなるため、切刃の欠損やチッピングが発生しやすくなり工具 1 の寿命が短くなってしまう。

【0026】

ここで、本発明によれば、炭窒化チタン層 4 b の炭窒化チタン粒子 8 が垂直に成長するとともに、炭窒化チタン粒子 8 を断面方向から観察した場合の平均アスペクト比が 3 以上、好ましくは 5 以上の筋状結晶であることが衝撃吸収力を高める点で望ましく、特に 8 以上、さらには 10 以上であることが炭窒化チタン層 3 自身の硬度を高めて耐摩耗性を向上できる点で望ましい。

【0027】

また、本発明によれば、微細炭窒化チタン層 4 b を表面方向から観察した場合の炭窒化チタン粒子 8 の平均アスペクト比が 2 以上、特に 3 以上、さらに 5 以上であることがクラックの偏向効果および進展防止効果を高める点で望ましい。

【0028】

なお、断面方向および表面方向の観察を加味すると、微細炭窒化チタン層中の炭窒化チタン粒子 8 は板状結晶になっているものと推定される。また、粒子（上記炭窒化チタン粒子 8）のアスペクト比は、各粒子について、粒子の長軸と直交する短軸の長さ／粒子の長軸の長さの比が最大値となる値を算定し、その平均値によって見積もることができる。また、硬質被覆層 3 の断面組織観察にて、粒状炭窒化チタン結晶が 30 面積％以下の割合で混合した混晶であってもよい。

【0029】

ここで、炭窒化チタン粒子 4 の表面方向における組織観察および平均アスペクト比を測定する際、最表面が微細炭窒化チタン層 4 b である場合にはその表面を SEM によって観察することができる。一方、微細炭窒化チタン層 4 b の表面に別の層が存在する場合には、透過型電子顕微鏡（TEM）を用いて、硬質被覆層 3 の所定位置のみが残存するように研磨加工した後、例えば 5000～200000 倍の倍率によって上記加工部を観察する方法が有効である。この方法によって、例え硬質被覆層 3 として微細炭窒化チタン層 4 b の上面に他の硬質層が成膜された多層被覆層であっても確実に表面方向からの炭窒化チタン粒子 8 b の組織状態を確認できる。

【0030】

また、断面方向における組織観察および平均アスペクト比を測定する際には、基体 2 の表面に垂直な方向に工具 1 を破断または研削し、その破断面または研削面を走査型電子顕

微鏡 (SEM) にて例えば 3000~50000 倍で観察することで測定することができる。

【0031】

また、図 2 は微細炭窒化チタン層 4 b を成膜した状態での表面を観察した SEM 写真であるが、微細炭窒化チタン層 4 b の炭窒化チタン粒子 8 b を表面方向から観察した際、図 2 (a) に示すように、炭窒化チタン粒子 8 b の平均長さを $1\mu\text{m}$ 以下とすることが、微細炭窒化チタン層 4 b 中に発生したクラックの偏向効果が高く、硬質被覆層 3 の破壊靱性を向上させて耐欠損性、耐チップング性を向上することができるとともに、基体 2 と炭窒化チタン層 4 との密着力を向上させて膜剥離による異常摩耗を防ぐことができるため望ましい。

【0032】

また、微細炭窒化チタン層 4 b の上面に、微細炭窒化チタン層 4 b よりも炭窒化チタン粒子の平均結晶幅が大きい上部炭窒化チタン層 4 a を被着形成するとともに、上部炭窒化チタン層 4 a の表面に酸化アルミニウム層 6 を被着形成することが、酸化アルミニウム層 6 と炭窒化チタン層 4 との付着力、および基体 2 と炭窒化チタン層 4 との付着力をともに高めることができ、酸化アルミニウム層 6 や炭窒化チタン層 4 等の硬質被覆層 3 の剥離、チップングを防ぐことができる点で望ましい。

【0033】

具体的に、例えば、炭窒化チタン層 4 (上部炭窒化チタン層 4 a) の酸化アルミニウム層 6 との界面から基体 2 へ垂直に向かって $0.5\mu\text{m}$ の位置 (h_1 および線 A) における平均結晶幅 w_u が、炭窒化チタン層 4 の基体 2 との界面から界面に垂直な方向に向かって $1\mu\text{m}$ の位置 (核生成によって結晶幅 w が小さい領域を越えた高さ h_2 および線 B) の位置における炭窒化チタン層 4 の平均結晶幅 w_l よりも大きいことが望ましい。ここで、炭窒化チタン粒子 4 b の平均結晶幅 w_l を $0.1\sim 0.7\mu\text{m}$ 、また、炭窒化チタン粒子 4 a の平均結晶幅 w_u を $0.5\sim 1.0\mu\text{m}$ とすることが、基体 2 および酸化アルミニウム層 6 との密着性を向上させて膜剥離による耐欠損性および耐摩耗性の劣化を防ぐとともに、硬質被覆層 3 自身の耐摩耗性を向上させる点で望ましい。

【0034】

また、微細炭窒化チタン層 4 b の膜厚 t_l が $1\mu\text{m}\leq t_l\leq 10\mu\text{m}$ 、上部炭窒化チタン層 4 a の膜厚 t_u が $0.5\mu\text{m}\leq t_u\leq 5\mu\text{m}$ で、かつ、 $1< t_l/t_u\leq 5$ の関係を満たすことが、基体 2、炭窒化チタン層 4 および酸化アルミニウム層 6 間の密着性を高め、工具 1 の硬度、靱性を高めることができる点で望ましい。さらに、炭窒化チタン層 4 を多層構造とした際の炭窒化チタン層 4 の総膜厚は $8\sim 12\mu\text{m}$ であることが膜剥離を抑えて耐摩耗性を維持するという点で望ましい。

【0035】

また、酸化アルミニウム層 6 の膜厚は $3\sim 8\mu\text{m}$ であることが耐摩耗性、特に鋳鉄に対する耐摩耗性および耐溶着性を維持しつつ、膜剥離を防止して耐欠損性を高めることができる点で望ましい。

【0036】

ここで、上部炭窒化チタン層 4 a は、微細炭窒化チタン層 4 b の構成とは異なり、例えば、図 2 (b) に示すように、炭窒化チタン粒子 8 a の平均長さが $1\mu\text{m}$ 以上とすることが酸化アルミニウム層 6 との密着力を向上するために望ましい。この場合、炭窒化チタン粒子 8 a のアスペクト比は 2 以下であってもよいが、望ましくは 2~5 である。

【0037】

さらに、酸化アルミニウム層 6 のスクラッチ試験における付着力が $10\sim 50\text{N}$ であることが、硬度、靱性をともに高めて、連続切削においては硬質被覆層 3 の剥離を抑制できて耐摩耗性が高く、かつ断続切削においては酸化アルミニウム層 6 が適度の剥離を生じさせて基体 2 までに至る硬質被覆層 3 の剥離を抑制させることができ、耐欠損性および耐チップング性を高めることができるために望ましい。

【0038】

また、表面被覆切削工具 1 の表面に、図 3 に示すように、硬質球 13 を接触させた状態で硬質球 13 をころがしながら自転させるように表面被覆切削工具 1 の硬質球 13 接触部分を局所的に摩耗させて、中心に基体 2 が露出するように硬質被覆層 3 に球曲面の摩耗痕 14 を形成させるカロテストを行い、図 4 に示すような摩耗痕 14 を観察した際、摩耗痕 14 の中心に存在する露出した基体 2 の外周位置に観察される炭窒化チタン層 4 でのクラック幅がゼロ、または小さい下部組織 11 と、下部組織 11 の外周位置に観察されて下部組織 11 よりもクラック幅が大きい上部組織 12 とが存在することが望ましい。なお、図 4 (b) は図 4 (a) の要部拡大写真である。

【0039】

上記構成によって、上部組織 11 にクラックが生成することにより炭窒化チタン層 4 と上層の酸化アルミニウム層 6 との間に発生する残留応力を開放して、断続切削時において例え突発的に大きな衝撃が硬質被覆層にかかったときであっても新たに大きなクラックが発生して硬質被覆層 3 がチッピングしたり欠損したりすることなく衝撃を吸収できるとともに、クラックの生成しにくい炭窒化チタン層 4 の下部組織が存在することによって、上部組織 11 にて生成したクラックの進展が阻害されるために炭窒化チタン層 4 または硬質被覆層 3 全体がチッピングや剥離することなく、結果的に硬質被覆層 3 全体のチッピングや剥離を防止できるとともに、硬質被覆層 3 全体の耐摩耗性が向上するため望ましい。

【0040】

ここで、露出した基体 2 の大きさが大きすぎたり、小さすぎたりすると、炭窒化チタン層 4 中のクラック 5 を正確に観察することができない場合があるため、摩耗痕 14 中に露出する基体 2 の直径が摩耗痕 14 全体の直径の 0.1 倍～0.6 倍になるようにカロテストの摩耗条件（時間、硬質球の種類、研磨剤等）を調節するのがよい。

【0041】

なお、本発明に使用される酸化アルミニウム層 6 としては、結晶構造が α 型であることが望ましい。従来では α 型結晶構造をもつ酸化アルミニウムは優れた耐摩耗性を持つが、核生成を行う際の粒径が大きいため、炭窒化チタン層 4 との接触面積が小さくなり、付着力が弱くなってしまい、膜剥離を起こしやすいという問題があった。しかし、本発明の構成にすることで酸化アルミニウム層 6 と炭窒化チタン層 4 との接触面積を大きくすることができるため、酸化アルミニウム層 6 を α 型結晶構造としても十分な付着力を得ることができる。よって、 α 型結晶構造の酸化アルミニウムの持つ、優れた耐摩耗性を酸化アルミニウム層 6 の付着力を低下させることなく得ることができるため、工具寿命のより長い工具 1 を得ることができる。

【0042】

なお、酸化アルミニウム層 6 を α 型結晶構造とする場合には、炭窒化チタン層 4 と酸化アルミニウム層 6 との間に 0.2 μm 以下の炭酸化チタン (TiCO) 層、酸窒化チタン (TiNO) 層または炭窒酸化チタン (TiCNO) 層のいずれかの中間層 7 を介装することが安定して α 型結晶構造を成長させることができる点で望ましい。

【0043】

また、硬質被覆層 3 の表層 19 として窒化チタン (TiN) を形成することによって、工具 1 が金色を呈するため、工具 1 を使用したときに変色して使用済みかどうかの判別が付きやすく、また、摩耗の進行を容易に確認できるため望ましい。

【0044】

なお、上記説明においては本発明の表面被覆部材を切削工具に応用した例について説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、例えば、掘削工具、金型や摺動部材等の耐摩材等の耐摩耗性および耐欠損性が要求される構造材に好適に利用可能である。

【0045】

(製造方法)

また、上述した表面被覆切削工具を製造するには、まず、上述した硬質合金を焼成によって形成しうる金属炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物等の無機物粉末に、金属粉末、カーボン粉末等を適宜添加、混合し、プレス成形、鋳込成形、押出成形、冷間静水圧プレス

成形等の公知の成形方法によって所定の工具形状に成形した後、真空中または非酸化性雰囲気中にて焼成することによって上述した硬質合金からなる基体2を作製する。

【0046】

次に、上記基体2の表面を所望によって研磨加工した後、その表面に例えば化学気相蒸着(CVD)法によって硬質被覆層3を成膜する。筋状炭窒化チタン層4の成膜条件は、例えば、反応ガス組成として、体積%で塩化チタン(TiCl_4)ガスを0.1~10体積%、窒素(N_2)ガスを0~60体積%、メタン(CH_4)ガスを0~0.1体積%、アセトニトリル(CH_3CN)ガスを0.1~0.4体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、成膜温度を780~840℃、5~85kPaにて成膜する。

【0047】

ここで、上記成膜条件のうち、反応ガス中のアセトニトリルガスの割合が0.1体積%より少ないと微細炭窒化チタン層4b中の炭窒化チタン粒子8bの組織を上述した範囲に成長させることができない。逆に反応ガス中のアセトニトリルガスの混合割合が0.4体積%を超える場合にも炭窒化チタン粒子8の結晶成長が速くなる傾向となり、やはり炭窒化チタン粒子8bの組織を制御できない。

【0048】

また、上記成膜温度についても、780℃より低いか、または840℃を超えると、断面観察において筋状をなし、かつ表面観察において針状をなす炭窒化チタン粒子からなる微細炭窒化チタン層を形成することができない。

【0049】

なお、本実施形態では、炭窒化チタン層の成膜前期(微細炭窒化チタン層4bの成膜)に使用する反応ガス中の CH_3CN の割合よりも炭窒化チタン層の成膜後期(上部炭窒化チタン層4aの成膜)に使用する反応ガス中のアセトニトリル(CH_3CN)ガスの混合割合を増やすことによって、微細炭窒化チタン層4bよりも上部炭窒化チタン層4aの炭窒化チタン粒子の粒径を大きくする。

【0050】

具体的には、炭窒化チタン層の成膜前期に使用するアセトニトリルガスの導入割合に対して炭窒化チタン層の成膜後期時に導入するアセトニトリルガスの割合を1.5倍以上とすることにより制御可能である。

【0051】

なお、上部炭窒化チタン層を成膜する際は、反応ガス中のアセトニトリルガス導入量や、成膜温度を調整することによって、炭窒化チタン結晶の平均結晶幅を所定の構成に制御することが可能である。

【0052】

そして、本実施形態によれば、引き続き、酸化アルミニウム層6を成膜する。酸化アルミニウム層6の成膜方法としては、塩化アルミニウム(AlCl_3)ガスを3~20体積%、塩化水素(HCl)ガスを0.5~3.5体積%、二酸化炭素(CO_2)ガスを0.01~5.0体積%、硫化水素(H_2S)ガスを0~0.01体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを用い、900~1100℃、5~10kPaとすることが望ましい。

【0053】

また、窒化チタン(TiN)層を成膜するには、反応ガス組成として塩化チタン(TiCl_4)ガスを0.1~10体積%、窒素(N_2)ガスを0~60体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを順次調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を800~1100℃、5~85kPaとすればよい。

【0054】

さらに、炭酸窒化チタン(TiCNO)層を成膜するには、塩化チタン(TiCl_4)ガスを0.1~3体積%、メタン(CH_4)ガスを0.1~10体積%、二酸化炭素(CO_2)ガスを0.01~5体積%、窒素(N_2)ガスを0~60体積%、残りが水素(H_2)

) ガスからなる混合ガスを順次調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 800～1100℃、5～85 kPa とすればよい。

【0055】

このとき、上述した方法に加えて、上記化学蒸着法にて硬質被覆層を成膜した後 700℃までのチャンバの冷却速度を 12～30℃/分に制御することによって、炭窒化チタン層の組織を、上記カロテストにて所定のクラックが観察される組織に制御することができる。

【0056】

なお、本発明は上記実施態様に限定されるものではなく、例えば、上記説明においては成膜方法として化学蒸着 (CVD) 法を用いた場合について説明したが、硬質被覆層の一部または全部を物理蒸着 (PVD) 法によって形成したものであってもよい。

【実施例 1】

【0057】

平均粒径 1.5 μm の炭化タングステン (WC) 粉末に対して、平均粒径 1.2 μm の金属コバルト (Co) 粉末を 6 質量%、平均粒径 2.0 μm の炭化チタン (TiC) 粉末を 0.5 質量%、TaC 粉末を 5 質量% の割合で添加、混合して、プレス成形により切削工具形状 (CNMA120412) に成形した後、脱バインダ処理を施し、0.01 Pa の真空中、1500℃で 1 時間焼成して超硬合金を作製した。さらに、作製した超硬合金にブラシ加工にて刃先処理 (ホーニング R) を施した。

【0058】

そして、上記超硬合金に対して、CVD 法により各種の硬質被覆層を表 1 に示す条件で表 2 に示す構成の多層膜からなる硬質被覆層を成膜した試料 No. 1～6 の表面被覆切削工具を作製した。

【表 1】

被覆層	混合ガス組成(体積%)	混合ガス中のCH ₃ CNガスの割合(体積%)	温度(℃)	圧力(kPa)
TiCN1	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	0.2	830	9
TiCN2	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	0.5	780	9
TiCN3	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	2	865	9
TiCN4	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	3.5	900	15
TiCN5	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	4	900	15
TiCNO	TiCl ₄ :0.7,CH ₄ :4,N ₂ :5,CO ₂ :0.01,H ₂ :残	-	1010	10
最下層TiN	TiCl ₄ :0.5,N ₂ :33,H ₂ :残	-	900	16
α-Al ₂ O ₃	AlCl ₃ :15,HCl:2,CO ₂ :4,H ₂ S:0.01,H ₂ :残	-	1005	6
最上層TiN	TiCl ₄ :0.5,N ₂ :44%,H ₂ :残	-	1010	80

【0059】

得られた工具について、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて表 2 に記載する硬質被覆層が観察できるように研磨加工して各層の表面方向からみた組織状態を観察し、炭窒化チタン粒子の表面方向における組織を特定するとともに平均アスペクト比を測定した。さらに、硬質被覆層の断面を含む任意破断面 5 ヶ所について走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真を撮り、各写真において炭窒化チタン粒子の組織状態を観察し、断面方向における平均アスペクト比、および炭窒化チタン粒子の平均結晶幅 w を測定した。このとき、炭窒化チタン層を多層構造とした試料については、下部層については、総膜厚に対して基体側から 1 μm の高さ位置、上部層については、表面側から 0.5 μm の高さ位置にそれぞれ図 2 に示すような線 A および線 B を引いて、それぞれの線分上を横切る粒界数を測定して炭窒化チタン粒子の結晶幅に換算した値を算出し、写真 5 ヶ所についてそれぞれ算出した結晶幅の平均値を平均結晶幅として算出した。

【0060】

また、上記表面被覆切削工具の硬質被覆層のクラック状態を、下記条件で行ったカロテスト試験によって生じた摩耗痕を金属顕微鏡またはSEMにて観察し、カロテスト摩耗痕で観察される炭窒化チタン層の下部組織と上部組織におけるクラックの幅 b_L 、 b_U をそれぞれ測定した。結果は表2に示した。

【0061】

装置：ナノテック社製CSEM-CALOTEST

鋼球：直径30mm球形鋼玉

ダイヤモンドペースト：1/4MICRON

摩耗痕中に露出する基体の直径が摩耗痕全体の直径に対して0.1～0.6倍、(今回の測定では0.3～0.7mm)となるように摩耗させた状態でクラックを観察した。なお、前記クラックの幅については、摩耗痕の炭窒化チタン層領域の基体(内)側から1/5長さの位置に存在するクラック幅の平均値= b_L 、摩耗痕の炭窒化チタン層領域の酸化アルミニウム層(外)側から1/5長さの位置に存在するクラック幅の平均値= b_U として算出した。結果は表2に示した。

【0062】

装置：ナノテック社製CSEM-REVESTEST

測定条件

テーブルスピード：0.17mm/sec

荷重スピード100N/min

圧子

円錐形ダイヤモンド圧子(東京ダイヤモンド工具製作所社製ダイヤモンド接触子：N2-1487)

曲率半径：0.2mm

稜線角度：120°

【表2】

試料 No	最下層	TiCN層		中間層	Al ₂ O ₃ 層 厚(μm)	TiCN粒子断面方向観察		TiCN粒子表面方向観察		クラック幅 (μm)	
						組織	アスペクト比	組織	アスペクト比	b _L	b _U
1	TiN (0.5)	TiCN1<c> (5.0)[0.3]	TiCN2<c> (3.0)[0.6]	TiNO (0.5)	2	筋状	13	針状	5	<0.5	0.5
2	TiN (0.6)	TiCN2 (4.0)[0.1]	TiCN4 (4.0)[1.5]	TiCN0 (0.5)	3	筋状	12	針状	10	<0.5	2
3	TiN (0.7)	TiCN1 (6.0)[0.3]	TiCN3 (2.0)[0.9]	TiCN0 (0.5)	2.5	筋状	20	針状	8	<0.5	1
4	TiN (0.6)	TiCN1<c> (6.0)[0.3]	TiCN5<c> (4.0)[1.5]	TiCO (0.5)	2	筋状	8	針状	3	0.6	2
* 5	TiN (0.6)	TiCN3 (6.0)[0.6]	TiCN0 (0.5)	TiCN0 (0.5)	4	筋状	8	等方状	1.2	0.7	0.8
* 6	TiN (0.4)	TiCN3 (6.0)[0.8]	TiCN5 (3.0)[1.2]	TiCN0 (0.5)	3	筋状	6	等方状	1.5	2.5	2.5

*印は本発明の範囲外の試料を示す。
()は層厚み、[]は平均結晶幅を示す。単位はμmである。

【0063】

そして、この切削工具を用いて下記の条件により、断続切削試験を行い、耐欠損性、耐チッピング性を評価した。

【0064】

(切削条件)

被削材：ダクタイル鋳鉄4本溝付スリーブ材(FCD700)

工具形状：CNMA120412

切削速度：200m/分

送り速度：0.3～0.5mm/rev

切り込み：2mm

その他：水溶性切削液使用

評価項目：欠損に至る衝撃回数

衝撃回数1000回時点で顕微鏡にて切刃の硬質被覆層の剥離状態を観察

【表 3】

試料 No.	耐欠損試験 欠損した衝撃回数 (回)	硬質層の状態
1	7000	異常なし
2	6000	異常なし
3	6200	異常なし
4	5800	異常なし
* 5	1200	チップング
* 6	2500	微小チップング

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

【0065】

表1～3より、混合ガス中の CH_3CN の割合を0.4体積%以上とし、炭窒化チタン粒子の表面から観察した際に針状組織でなく等方状組織であった試料No. 5, 6では、硬質被覆層の強度が足りず、切刃部の硬質被覆層に切削初期からチップングが発生し、また、このチップングが要因となって早期に欠損した。

【0066】

これに対して、本発明に従い、炭窒化チタン粒子の表面側から観察した際に針状、断面側から観察した際に筋状組織としたNo. 1～4では、いずれも硬質被覆層の剥離が発生せず、連続切削においても断続切削においても長寿命であり、耐欠損性および耐チップング性とも優れた切削性能を有するものであった。

【図面の簡単な説明】

【0067】

【図1】本発明の表面被覆部材の一例である表面被覆切削工具の破断面の一例についての走査型電子顕微鏡写真である。

【図2】(a) 本発明の表面被覆部材の微細炭窒化チタン層に好適な組織を表面から観察した際の走査型電子顕微鏡写真である。

【0068】

(b) 本発明の他の表面被覆部材の炭窒化チタン層（上部炭窒化チタン層として好適な組織）を表面から観察した際の走査型電子顕微鏡写真である。

【図3】本発明の表面被覆部材の評価方法の1つであるカロテスト試験方法を説明するための模式図である。

【図4】本発明の表面被覆部材の一例である表面被覆切削工具について、カロテスト摩耗痕の一例を示す金属顕微鏡像であり、(a) カロテスト摩耗痕全体、(b) 要部拡大写真である。

【符号の説明】

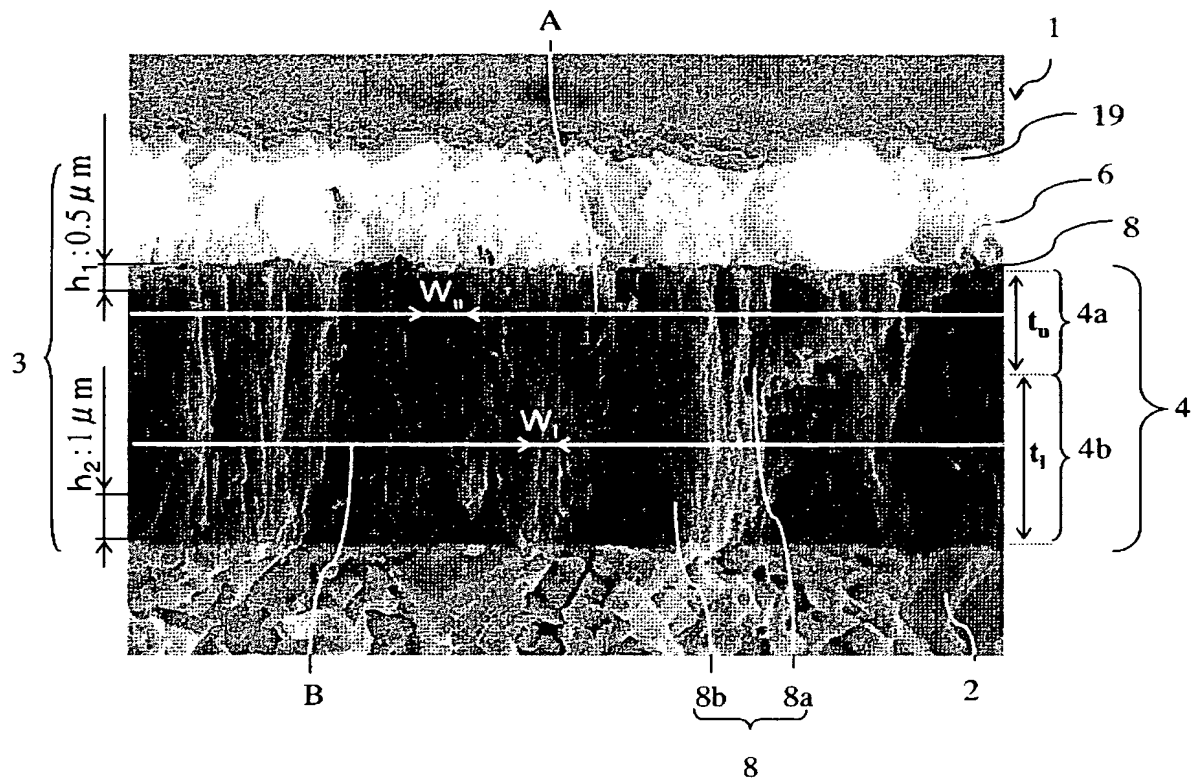
【0069】

- 1: 表面被覆切削工具（工具）
- 2: 基体
- 3: 硬質被覆層
- 4: 炭窒化チタン層
 - 4a 上部炭窒化チタン層
 - 4b 微細炭窒化チタン層
- 6: 酸化アルミニウム層
- 7: 中間層
- 8: 炭窒化チタン粒子
 - 8a: 上部炭窒化チタン層中の炭窒化チタン粒子
 - 8b: 微細炭窒化チタン層中の炭窒化チタン粒子
- 11: 炭窒化チタン層中の下部組織

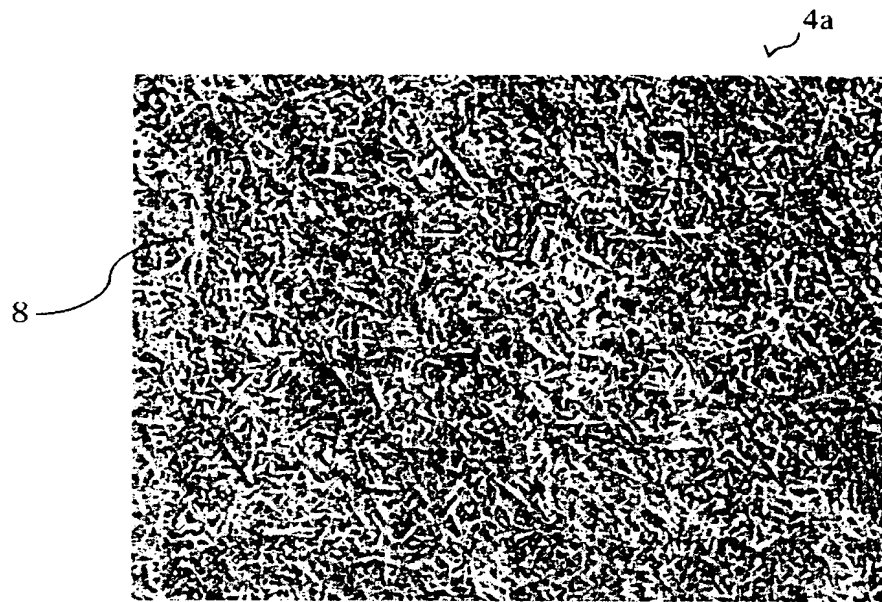
- 1 2 : 炭窒化チタン層中の上部組織
1 3 : 硬質球
1 4 : カロテストの摩耗痕
1 9 : 表面層 (T i N 層)
A : 酸化アルミニウム層と筋状炭窒化チタン層との界面より基体に向かって $0.5 \mu\text{m}$ の位置を示す線
B : 基体と筋状炭窒化チタン層との界面より酸化アルミニウム層に向かって $1 \mu\text{m}$ の位置を示す線
 w_u : 上部炭窒化チタン層の平均結晶幅
 w_l : 微細炭窒化チタン層の平均結晶幅
 h_1 : 上部炭窒化チタン層の平均結晶幅を測定する高さ位置
 h_2 : 微細炭窒化チタン層の平均結晶幅を測定する高さ位置
 t_u : 上部炭窒化チタン層の膜厚
 t_l : 微細炭窒化チタン層の膜厚
 b_U : カロテスト摩耗痕における炭窒化チタン層の上部組織のクラック幅
 b_L : カロテスト摩耗痕における炭窒化チタン層の下部組織のクラック幅
 L_U : カロテスト摩耗痕における炭窒化チタン層の上部組織の径方向長さ
 L_L : カロテスト摩耗痕における炭窒化チタン層の下部組織の径方向長さ

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】

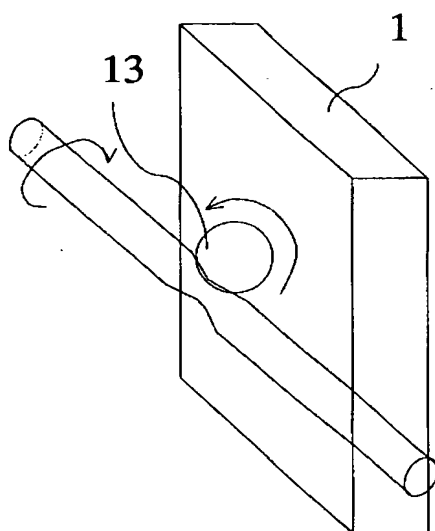


(a)

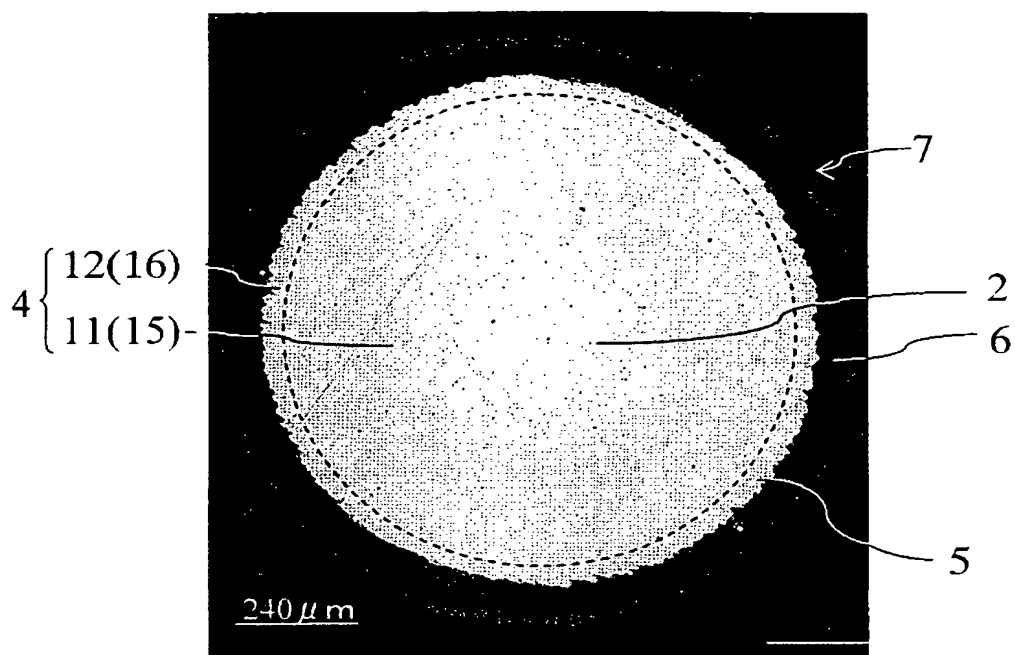


(b)

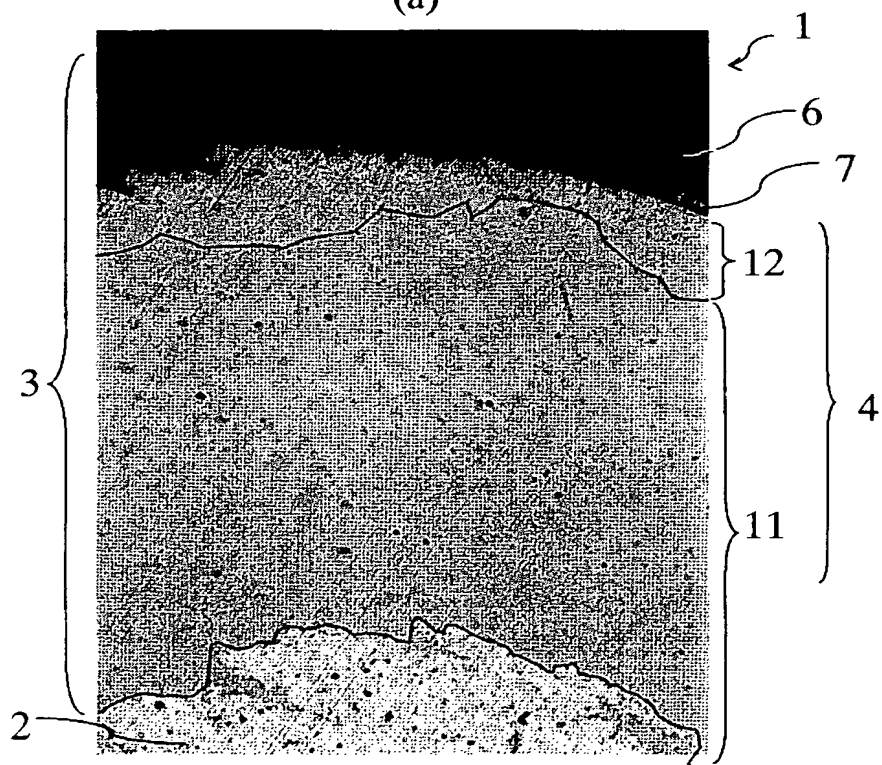
【図 3】



【図 4】



(a)



(b)

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 硬度、韌性が高く、耐欠損性および耐摩耗性に優れた表面被覆部材を提供する。

【解決手段】 基体 2 の表面に、炭窒化チタン層 4 を少なくとも 1 層設けた表面被覆切削工具 1 において、炭窒化チタン層 4 の少なくとも一部に、炭窒化チタン粒子 8 が基体 2 表面に対して垂直に伸びて断面方向から観察した場合に筋状組織を呈するとともに、炭窒化チタン層 4 を表面方向から観察した場合にランダムな方向に伸びた針状組織を呈する微細炭窒化チタン層 4 b を形成する。

【選択図】 図 2



特願 2 0 0 4 - 0 2 2 2 9 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 6 6 3 3]

1. 変更年月日	1 9 9 8 年 8 月 2 1 日
[変更理由]	住所変更
住 所	京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地
氏 名	京セラ株式会社